

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1  
Patentgesetz der DDR  
vom 27.10.1983  
in Übereinstimmung mit den entsprechenden  
Festlegungen im Einigungsvertrag

# PATENTSCHRIFT

(11) DD 290 411 A5

5(51) C 07 C 17/38  
C 07 C 21/04

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD C 07 C / 335 907 0 (22) 20.12.89 (44) 29.05.91

(71) siehe (73)  
(72) Hänel, Volker, Dipl.-Chem.; Paris, Gerhard, Dipl.-Chem.; Ziemke, Peter, DE  
(73) VEB Funkwerk Köpenick, Wendschloßstraße 142-174, O - 1170 Berlin, DE

(54) Verfahren zur Reinigung von Perchloräthylen

(65) Verfahren; Reinigung; Perchloräthylen; Thermoplast; Öl; Rohbraunkohle; Schlacke; Wasser; Metallspäne  
(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reinigung von Perchloräthylen. Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Reinigung von Öl- und Thermoplastverunreinigtem Perchloräthylen zu entwickeln. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß das aufzuarbeitende Gemisch mit einer Mischung von Rohbraunkohle und Schlacke intensiv verursacht und dieses Produkt mit Wasserüberschuß einer Azeotropdestillation unterzogen wird, wobei ein krümelig, körniges Produkt als Rückstand in der Destillationsblase verbleibt, der kleiner 6% organischer Lösungsmittel enthält.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

**Patentanspruch:**

1. Verfahren zur Reinigung von Perchloräthylen, verunreinigt mit Thermoplast, Öl und Metallspänen, gekennzeichnet dadurch, daß das aufzuarbeitende Gemisch mit einer Mischung von Rohbraunkohle und Schlacke intensiv vermischt und dieses Produkt mit Wasserüberschuß einer Azeotropdestillation unterzogen wird, wobei ein krümeling, körniges Produkt als Rückstand in der Destillationsblase verbleibt, der kleiner 5% organische Lösungsmittel enthält.
2. Verfahren nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß es sich vorzugsweise um die organischen Lösungs- und Entfettungsmittel Perchloräthylen oder Trichloräthylen handelt.

organic solvent

**Anwendungsgebiet der Erfindung**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reinigung von Perchloräthylen. Die erfindungsgemäße Lösung kann überall dort angewendet werden, wo verschmutztes Perchloräthylen gereinigt werden soll.

**Charakteristik der bekannten technischen Lösungen**

Die Reinigung von verunreinigtem Perchloräthylen auch aus bisher nicht aufgearbeiteten Rückständen zur Erhöhung der Materialökonomie macht die Anwendung neuer technischer Verfahren notwendig. Bekannte technische Verfahren sind die einfache oder fraktionierte Destillation, die Vakuumdestillation oder Wasserdampfdestillation. Diese Verfahren haften die Nachteile an, daß insbesondere thermoplastverunreinigtes Perchloräthylen nicht aufgearbeitet werden kann, da durch Verkrustung in der Destillationsblase nur wenig Perchloräthylen zurückgewonnen werden kann und der Reinigungsaufwand zur Beseitigung der Verkrustung mit erheblichem Aufwand verbunden ist.

Weitere technische Lösungen arbeiten mit verschiedenen Zusätzen.

In der DE-OS 3007633 wird ein Verfahren beschrieben, in dem der zu destillierende Rückstand mit feinteiligem wasserunlöslichem Aluminiumsilikat versetzt wird. Die DE-OS 2930485 gibt ein Verfahren zur Rückgewinnung chlorierter Kohlenwasserstoffe unter Verwendung von Natriumhydroxid oder Kaliumhydroxid an. Die DE-PS 2833548 beschreibt ein Verfahren zur Wiederaufbereitung von Trichloräthylen mit Wasserdampf unter Verwendung von Magnesiumoxyd. Die Rückgewinnung von Halogenkohlenwasserstoffen aus öhlöslichen Halogenkohlenwasserstoffen erfolgt gemäß DE-OS 2248279 mit Wasserdampf in einem komplizierten Verfahren. Allen diesen Verfahren haftet der Nachteil an, daß sie nicht für jedes verunreinigte Perchloräthylen anwendbar sind, da sonst Destillationsrückstände an den Wandungen der Ostillationsblase verkrusten und nur mit großem Aufwand entfernt werden können.

**Ziel der Erfindung**

Das Ziel der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Reinigung von verunreinigtem Perchloräthylen zu entwickeln, das die Nachteile der bekannten technischen Verfahren nicht aufweist.

**Darlegung des Wesens der Erfindung**

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Reinigung von Öl- und thermoplastverunreinigtem Perchloräthylen zu entwickeln.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die stichfeste Masse aus Perchloräthylen, Thermoplast, Öl und anderen Verunreinigungen mit einem Gemenge aus Rohbraunkohle und Schlacke im Verhältnis 1:1 mit einer Korngröße kleiner 1 mm homogen zu gleichen Teilen von Perchloräthylenrückstand und Gemenge vermischt wird. Dieses Produkt wird mit einer etwa doppelten Menge Wasser versetzt und einer Destillation bei Temperaturen von 85-98°C unterzogen. Es geht in ein Gemisch von Perchloräthylen und Wasser über, das sich nach dem Abkühlen sofort trennt. Als Rückstand bleibt ein schüttfähiges körniges Produkt mit einem Restperchloräthylengehalt von etwa 5%.

Perchloräthylengehalt des folgender Zusammensetzung können nach dem erfindungsgemäßigen Verfahren gereinigt werden:

Perchloräthylengehalt	60...70%
Thermoplastverunreinigung	5...15%
Ölverunreinigung	5...10%
Metallspäne	1...5%

*Gemenge*

**Ausführungsbeispiel**

**Eine stichfeste Masse von 500g verunreinigtem Perchloräthylen, bestehend aus**

Perchloräthylen	78%
Thermoplast	14%
Öl	7%
Metallspäne	1%

wird mit einer Menge von jeweils 200g gesiebter Rohbraunkohle und Schlecke der Korngröße kleiner 1mm innig vermischt und in die Destillationsblase eingefüllt. Dazu werden 900ml Wasser gegeben. Die Destillation wird bei 85...98°C solange durchgeführt, bis eine Gesamtmenge von 500ml Kondensat überdestilliert ist.  
Die Zusammensetzung der einzelnen Fraktionen gibt die Tabelle an.

**Tabelle**

	Siedetemperatur (°C)	Anteil Per (ml)	Anteil Wasser (Vol.)	Gesamtmenge Per (g)	Ausbeute Per (%)
bis	85	75	25	120	24
	90	145	55	232	46,4
	94	200	80	320	64,0
	98	215	110	344	68,8
	97	226	180	360	72,0
	88	230	270	368	73,6

Der Destillationsblase verbleibt ein feuchtes, schwüttfähiges, körniges Produkt mit einem Restperchloräthylengehalt von 4,4%, das sich problemlos aus der Destillationsblase entfernen lässt.